



## **Technical Language Service**

Translations From And Into Any Language

### **GERMAN / ENGLISH TRANSLATION OF**

**Source: European Patent Application EP 1 133 930 A1**

**Title of the Invention: Emulsion Beverage**

**Your Ref: No. 5130**

**For: Eastman Chemical Company -  
Library and Information Services (LibriS)**

**BEST AVAILABLE COPY**

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 1 133 930 A1**

(12)

**EUROPEAN PATENT APPLICATION**

(43) Publication date:  
**19 September 2001 Patent Gazette 2001/38**

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: **A23L 2/62, A23L 2/38**

(21) Application number: **00105679.5**

(22) Date of filing: **17 March 2000**

(84) Designated contracting states:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE**  
**IT LI LU MC NL PT SE**  
Designated extension states:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Applicant: **Döhler Natural Beverage**  
**Ingredients Euro Citrus**  
**64295 Darmstadt (DE)**

(72) Inventor:  
• **Füsser, Hans Dr.**  
**64319 Pfungstadt (DE)**

• **Tretzel, Joachim Dr.**  
**64342 Seeheim-Jugenheim (DE)**

(74) Representative:  
**Meyers, Hans-Wilhelm, Dr. Dipl.-Chem. et al.**  
**Patent Attorneys**  
**Von Kreisler-Seiting-Werner**  
**P. O. Box 10 22 41**  
**50462 Cologne (DE)**

(54) Title of the Invention: **Emulsion Beverage**

(57) [Abstract] Emulsion beverage with an aqueous phase and a disperse oil phase, the viscosity  $\eta$  of the beverage lying in the range from 0.001 to 0.15 Pa·s, the density difference  $\Delta\rho = \rho_{\text{aqueous}} - \rho_{\text{oil}}$ , lying in the range from 0.12 to 0.025 kg/L, and the content G of the oil phase in the beverage lying in the range from 0.35 to 3 g/kg, preferably from 0.45 to 3 g/kg, and especially from 0.55 to 3 g/kg of the emulsion beverage, and the d97 value lying in the range from  $0.75 \times Y$  to Y, in which

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1.457 + 1.524 \cdot 10^1 \cdot \eta - 8.385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1.880 \cdot 10^1 \cdot \Delta\rho - 5.025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4.520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8.66 \cdot 10^2 \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2.050 \cdot 10^2 \cdot \eta^2 + 3.330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8.300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8.254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4.426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4.070 \cdot 10^2 \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9.937 \cdot 10^2 \cdot \eta^3 + 2.730 \cdot 10^4 \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4.420 \cdot 10^2 \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6.058 \cdot 10^4 \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5.821 \cdot 10^5 \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$

## Description

[0001] The present invention describes an emulsion beverage and a method for the production of emulsion beverages.

[0002] Beverages with a cloudy appearance are known. Clouding in soft drinks is achieved by dispersal of a flavoring oil or a non-water-miscible liquid, like an edible oil that is suitable for clouding. This system of very finely dispersed oil droplets in water is referred to as an emulsion.

[0003] Clouding is typically introduced as a result of using an emulsion or a beverage concentrate containing an emulsion (base material) in the production of the beverage. If the emulsion primarily serves the purpose of clouding, a clouding emulsion is being referred to.

[0004] If the emulsion is present as a monodisperse collection of particles in appropriate dilution, the clouding can be stated as light attenuation by scattering, analogously to the Lambert-Beer Law:

$$\ln(T) = \ln(I/I_0) = -\tau L$$

[0005] In this context,  $\tau$  is the clouding of the emulsion,  $L$  is the optically traversed length of the sample in [m],  $I_0$  is the intensity of the incident light in [ $\text{W}/\text{m}^2$ ],  $I$  is the intensity of the light in [ $\text{W}/\text{m}^2$ ] after passing through layering thickness  $L$  and  $T$  is the transmission of the sample. Clouding represents the ratio of scattering power of the sample per unit volume and intensity of the primary beam. Clouding is determined in dilute solution. The following applies for clouding:

$$T = \sigma_s \rho$$

$\rho$  is the particle-number density in [ $1/\text{m}^3$ ] and  $\sigma_s$  is the scattered light cross section in [ $\text{m}^2$ ], defined as the ratio of the total scattered light power of a particle to intensity of the primary beam.

[0006] The scattered light power of a particle is then mostly dependent on the particle diameter, the refractive index of the disperse and continuous phase and the wavelength of the incident light.

[0007] The specific clouding  $\tau_c$  is defined as the ratio of clouding  $\tau$  and concentration  $c$  of the disperse phase in [kg per m<sup>3</sup> of dispersion]:

$$\tau_c = \tau / C = \frac{\sigma_s \rho}{C} = \frac{\sigma_s}{\frac{\pi}{6} \cdot d^3 \cdot \rho_d}$$

$d$  is the drop diameter in [m] and  $\rho_d$  is the density of the disperse phase in [kg/m<sup>3</sup>]

[0008] Ordinarily, for particles smaller than 0.5 to 1  $\mu\text{m}$  (depending on the measurement method: photometer, nephelometer, laser diffraction), the clouding or specific clouding diminishes during a reduction in particle diameter at constant volume concentration of the disperse phase. Consequently, an increasingly higher volume concentration of the disperse phase must be set during the production of clouding emulsions, with diminishing size of the oil droplets for emulsions below 0.5 to 1  $\mu\text{m}$  droplet size, in order to achieve in the final beverage the same clouding impression or the same optical appearance, in comparison with a cloudy juice beverage.

[0009] If mostly particle sizes from 0.15 to 0.3  $\mu\text{m}$  are present, a beverage with a clouding strength corresponding to that of a cloudy juice has a deviating optical appearance, in comparison with that of a cloudy juice, in which mostly particles with a particle size greater than 0.3  $\mu\text{m}$  are present.

[0010] In a thermodynamic sense, an emulsion is an unstable system that seeks to return to the lowest energy state of a two-phase system.

[0011] Physical processes that describe this destruction of the emulsion are creaming, sedimentation, flocculation and coalescence of oil droplets. The mentioned processes can overlap in time, in which flocculation and coalescence usually precede creaming.

[0012] Sufficient physical stability of an emulsion is said to occur, if no demixing of the disperse system is observable within the required storage life of the food. If a system with insufficient physical stability is present, creaming and oil ring formation on the neck of the bottle is observed at lower oil density (in comparison with the aqueous phase). If a higher oil density is present, sedimentation on the bottom of the bottle is observed during insufficient physical ability.

[0013] Factors that determine the physical stability of the emulsion in the final beverage include the density difference between the continuous and disperse phase, the phase content of

the disperse phase in the final beverage and the particle size of the disperse phase. The larger the density difference and the particle size of the disperse phase, the more quickly creaming and phase separation occur.

[0014] Ordinarily, density increases that permit stable beverage clouding based on an emulsion, comparable to that in soft drinks and fruit juices, are achieved with the weighting agents legally permitted worldwide, like SAIB E444, ester gum E445, Dammer gum and BVO's (brominated vegetable oils), in the allowed concentrations. Densities of the disperse phase that are required for sufficient stabilization ordinarily lie between 0.96 and 1.04.

[0015] If higher clouding, i.e., clouding comparable to that of cloudy fruit juices, is to be achieved in the beverage by adding a clouding emulsion, sufficient physical stability ordinarily can no longer be achieved, since the legally established maximum amounts do not permit sufficient density compensation.

[0016] Sufficient stabilization of these beverages, avoiding weighting agents, is described in the publication WO-A-97/03576 and can only be achieved, if particle sizes having an average volume-referred particle diameter from 0.1 to 0.3  $\mu\text{m}$  are present in the disperse phase.

[0017] The task of the present invention was to provide a method with which the strongest possible clouding can be achieved in an emulsion beverage with the least possible use of non-water-miscible liquids.

[0018] The task is solved as a result of an emulsion beverage with the features of Claim 1.

[0019] The emulsion beverage according to the invention has an aqueous and a disperse oil phase, the viscosity  $\eta$  of the beverage lying in the range from 0.001 to 0.015 Pa·s, the density difference  $\Delta\rho = \rho_{\text{aqueous}} - \rho_{\text{oil}}$ , lying in the range from 0.12 to 0.25 kg/L, and the content G of the oil phase in the beverage lying in the range from 0.35 to 3 g/kg, preferably from 0.4 to 3 g/kg, and especially from 0.55 to 3 g/kg, of the emulsion beverage, and the d97 value lying in the range from  $0.75 \times Y$  to Y, in which

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1.457 + 1.524 \cdot 10^1 \cdot \eta - 8.385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1.880 \cdot 10^1 \cdot \Delta\rho - 5.025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4.520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8.66 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2.050 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^2 + 3.330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8.300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8.254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4.426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4.070 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9.937 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^3 + 2.730 \cdot 10^{-4} \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4.420 \cdot 10^{-2} \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6.058 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5.821 \cdot 10^{-5} \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$

[0020] The d97 value refers to the drop diameter in  $\mu\text{m}$ , at which 97% of the volume of disperse phase of the emulsion contained in the beverage has a smaller drop diameter. Oil phase is then any non-water-soluble liquid legally permitted in food.

[0021] It has now surprisingly been found that it is possible to produce stable emulsion beverages, which have optimized maximum specific clouding, and therefore much higher clouding at the same dose of disperse phase in the beverage, in contrast to WO-A-97/03576, and nevertheless are sufficiently stable. Consequently, in order to set the desired clouding impression, a significantly smaller amount of oil is required, or the desired clouding impression is only made possible by the presence of average drop diameters above  $0.3 \mu\text{m}$ .

[0022] The creaming stability of the emulsion is achieved as a result of using a specific particle size and particle distribution in the emulsion as a function of the content of disperse oil phase in the beverage, the viscosity of the beverage and the density difference.

[0023] The emulsion beverage then preferably has an emulsion with a specific clouding of more than  $180 \text{ kg/gm}$ . The emulsion includes an oil and possibly stabilizers, emulsifiers and/or weighting agents. The density of the oil phase preferably lies between  $0.19$  and  $0.975 \text{ g/mL}$ , preferably between  $0.93$  and  $0.975 \text{ g/mL}$ . The density difference  $\Delta\rho$  preferably lies between  $0.25$  and  $0.12 \text{ kg/L}$ .

[0024] The emulsion beverage also optionally contains one or more of the following ordinary additives, like fruit ingredients, edible acids allowed in food, and inorganic acids, antioxidants, sweeteners, flavorings, dyes, thickeners, so-called "functional" ingredients and preservatives.

[0025] Fruit ingredients in this context are defined primarily as fruit flavorings, fruit juices, fruit purees and fruit juice concentrates.

[0026] Fruit juices or fruit juice concentrates that can be used are those based on citrus fruits, like orange, lemon, grapefruit and mandarin, and other fruits, like apple, pear, apricot and pineapple.

[0027] Fruit juices and fruit juice concentrates from berries can also be used, like blackberries, gooseberries, currants, blueberries, strawberries and raspberries.

[0028] Fruit juices and fruit juice concentrates from exotic fruits can also be used, like guava, papaya, maracuja, mango and banana.

[0029] According to the invention, between 0.001% and 80% of the mentioned fruit ingredients are used in the beverage. Fruit juice concentrates are preferably used.

[0030] The beverage can also contain sweeteners. Sugar, sweeteners, sugar substitutes and sweetening compositions, as well as their mixtures, are ordinarily used. Usable sweeteners include Acesulfam-K, aspartame, cyclamate, neohesperidine dihydrochalcone and saccharin. Plant sweeteners can also be used, like glycyrrhizin and thaumatin.

[0031] Appropriate sugar substitutes are fructose and sugar alcohols, like isomaltitol (E953), lactitol (E966), maltitol, mannitol (E421), sorbitol (E420), xylitol (E967), as well as their mixtures. Mixtures of synthetic sweeteners and dearomatized or non-dearomatized concentrated fruit preparations can also be used as sweeteners.

[0032] The sweeteners are added to the beverage according to the invention in an amount, so that the obtained sweetening power corresponds to an addition of up to 160 g/L sucrose. 80 to 110 g/L sucrose is preferred.

[0033] The beverage according to the invention can also contain thickeners. Appropriate thickeners are carboxymethylcellulose, xanthan, carob bean flour, gellan, guar meal, carrogeenan, alginic acid, alginates, pectins, as well as their mixtures. If thickeners are used, the content of thickeners in the beverage is then between 0.0025 and 0.3%.

[0034] The beverage according to the invention can also contain so-called "functional" ingredients, like vitamins, minerals, herbal extracts, fillers, prebiotic ingredients, caffeine and alcohol.

[0035] It can be colored with food dyes and/or coloring foods. According to the invention, the beverage can contain preservatives permitted in foods. Appropriate preservatives include sorbic acid, benzoic acid and their alkali salts.

[0036] The preservative is ordinarily used in a concentration from 0.01 to 0.2% in the beverage.

[0037] The beverage according to the invention can have appropriate natural and synthetic antioxidants. Appropriate natural antioxidants include tocopherols, L-ascorbic acid, its fatty acid esters, like L-ascorbyl palmitate, gallic acid esters and flavonoids. Appropriate synthetic antioxidants include tert-butylhydroxyanisole and tert-butylhydroquinone.

[0038] The present invention also relates to the preparation of emulsion beverages from a prepared clouding emulsion. The beverage product so produced then contains the clouding

emulsion and optionally thickeners, stabilizers, flavorings; food and/or fruit juice concentrates. The produced beverage can be carbonized or non-carbonized. It can be made storable by cold storage or heat treatment.

[0039] The clouding emulsion is used especially for clouding or clouding and flavoring of the beverage product. The emulsion is an oil-in-water emulsion and preferably has a density in the disperse phase from 0.915 to 0.975 g/mL, but even more preferably between 0.93 and 0.975. The density of the disperse phase is adjusted by means of an appropriate choice of the components in the oil phase. It is important that the density difference between the disperse phase and the aqueous phase in the emulsion beverage being produced lie in the range from 0.12 to 0.025 kg/L.

[0040] Oils and fats of plant or animal origin, like edible vegetable oils and edible fats, terpenes and flavoring oils, are used as non-water-soluble liquid.

[0041] In some applications, if the density difference between the aqueous and oil phase is too high, a weighting agent is additionally used. SAIB E444, ester gum E445, Dammar gum and BVO's (brominated vegetable oils) or combinations are used as weighting agents.

[0042] The sum of all non-water-soluble ingredients is referred to as the disperse phase. It lies between 2 and 20 % by weight, preferably between 6 and 12 % by weight, in the clouding emulsion.

[0043] As the emulsion-stabilizing substance, hydrocolloids, like gum arabic, xanthan, carob bean flour, pectin, and anionic polymers from starch or cellulose, like starch sodium octenylsuccinate or carboxymethylcellulose, which are generally permitted for foods, can be used.

[0044] The emulsifying hydrocolloid is used, for example, in a weight ratio from 0.2:1 to 4:1 in the disperse phase. A weight ratio of 0.3:1 to 1:1 is preferably present.

[0045] The average volume-referred particle diameter and particle distribution of the emulsion are critical for the specific clouding of the emulsion and for the creaming stability of the beverage.

[0046] If average volume-referred particle diameters above 0.4  $\mu\text{m}$  are present, a creaming-stable beverage generally cannot be produced from the emulsion. If emulsions with an average volume-referred particle diameter smaller than 0.33  $\mu\text{m}$  are used, opaque clouding occurs,



because of the lower specific clouding, only at much higher amounts of the disperse phase, in comparison with the claimed emulsion.

[0047] Beverage emulsions with the particle distribution mentioned here can be prepared with the help of any known appropriate method, like high-pressure homogenization, microfluidization or emulsification via membranes.

[0048] If a high-pressure homogenizer is used, a two-stage homogenizer is preferred, in which a defined pressure level can be set at the outlet of the homogenization nozzle. The employed high pressure, that is, the pressure at the input to the homogenization nozzle, lies between 100 to 500 bar, preferably between 140 and 260 bar, during production of the clouding emulsion claimed here.

[0049] The pressure level at the outlet is set at 1/3 to 1/15 of the main pressure, preferably 1/5 to 1/10.

[0050] The temperature during homogenization is below 90°C, preferably below 40°C.

[0051] The conventionally employed methods for the production of a finished beverage can be used to produce the beverage according to the invention. The methods that are used to produce beverages are described, for example, in Woodroof and Philips, *Beverages: Carbonated & Noncarbonated*, AVI Publishing Co., (1981), and Südzucker AG, Mannheim/Ochsenfurt, *Handbook: Soft drinks* (1998).

[0052] A base substance is ordinarily used in the production of beverages. It normally contains all of the important ingredients for the beverage, except water, sugar and optionally CO<sub>2</sub>. The base substance therefore represents a concentrate of the beverage, containing all the essential ingredients that characterize the beverage.

[0053] The beverage can then be blended from two or more base substance components. These are referred to as two- or multipart base substances.

[0054] Another beverage production method is the production of a syrup charge and its blending to a finished beverage. In contrast to the base substance, only water and CO<sub>2</sub> need be added.

[0055] If, according to the invention, the beverage is prepared from a one- or multipart base substance or from a syrup charge, these concentrates can optionally be pasteurized, filled into corresponding containers and stored.

[0056] The produced beverage product is creaming-stable for at least four weeks. Creaming-stable means that a ring with a maximum ring thickness of 0.5 mm is formed in the neck of the bottle. Storage occurs at a constant temperature of  $20 \pm 1.5^{\circ}\text{C}$ .

### Examples

#### Methods for the determination of the particle distribution of the clouding emulsion

[0057] The average particle diameter and particle distribution is determined with the help of Mastersizer 2000 from Malvern Instruments Ltd.

[0058] For the determination, the sample of the clouding emulsion is set in the measurement equipment to a shadow of 10 to 20%, treated for at least 10 seconds with ultrasound and measured. The cell Hydro 2000 MU is used as a measurement cell. The pump intensity is 2200 to 2500. The ultrasound setting is 7 to 10. For the calculation, the general model is used in which the refractive index of the disperse phase at 1.4449 (emulsion drops) and the refractive index of the continuous phase at 1.330 (water) are fixed as the optical constants.

[0059] The absorption of the sample is established at 0.01.

#### Methods for the determination of the specific clouding of the clouding emulsion

[0060] A sample of the emulsion is diluted to 1:2000 to 1:4000, depending on the fraction of disperse phase.

[0061] The extinction of the dilute emulsion is determined in a 1 cm plastic cell in a spectrophotometer of the Perkin Elmer Lambda2 UV/VIS type at a wavelength of 633 nm.

[0062] The clouding  $\tau$  is calculated as follows from the extinction E:

$$E = \tau \cdot L$$

[0063] L is the optically traversed length of the sample.

$$\text{Clouding (m}^{-1}\text{)} = \text{extinction} \cdot 100$$

[0064] After calculation of clouding, calculation of the specific clouding occurs as follows

$$\tau_c = \tau/C$$

[0065] The specific clouding  $\tau_c$  is defined as the ratio of clouding  $\tau$  and the concentration  $C$  of the disperse phase. The concentration  $C$  is stated in kg of disperse phase per  $m^3$  of dispersion.

Determination of the viscosity  $\eta$  via the flow and viscosity curve

[0066]

Apparatus: Bohlin Instruments, CVO 120 HR

Measurement system CP 2° / 60 mm

Temperature 20°C

Shear stress sweep in at least 15 steps: from 0.001 Pa to 0.1 Pa delay time: at least 300 s

Maximum integration time: At least 120 s

Ramp direction: Up

Range: LOG

[0067] In order to estimate the stability of the beverage, the viscosity is used, at which a stationary condition  $0.95 < d\ln(J(T))/d\ln(T) < 1.05$  is present for the first time at the smallest possible shear rate.  $J(t)$  [ $m^2/N$ ] is the shear compliance at measurement time  $t$  [s]. The determined viscosity is used in equation 2 to calculate the prediction.

[0068] Example compositions of clouding-optimized emulsions that are introduced to the beverage according to the invention are shown in Table 1. They are referred to as “Emulsion A” to “Emulsion E”.

[0069] The variants designated “comparative emulsion I” and “II” are emulsion preparations stated in the prior art.

[0070] The “comparative emulsion I” then represents an emulsion that was produced according to WO 97/03576.

### *Emulsion preparation*

[0071]

Table 1

Component (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Comparative emulsion I	Comparative emulsion II
Water	85.19	81.03	84.20	84.93	85.43	89.79	85.19
Oil	9	13	6.5	8.37	6.5	4.5	9
Gum arabic	5.3	5.3	6.2	5.5	6.2	5.2	5.3
Weighting agent	-	-	2.5/ SAIB	0.63/ Glycerol ester from root resin	1.3/ SAIB	-	-
Dye	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
Vitamins	0.1	0.2	0.13	0.1	0.1	0.1	0.1
Acidifier	0.24	0.3	0.3	0.3	0.3	0.24	0.24
Preservative	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12

[0072] The production of the emulsions occurs by means of dissolving or dispersing the vitamins, dyes and preservatives in water. Formulated oil-soluble dyes and vitamins are only dispersed to water-dispersible preliminary products.

[0073] After the addition of the acidifier, the oil is pre-emulsified with an agitator, for example, a rotor-stator system with a corresponding high peripheral velocity. High pressure homogenization with the process conditions stated in Table 2 then occurs.

Table 2

Process parameters	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Comparative emulsion I	Comparative emulsion II
Homogenization pressure	150/250	200	150/200	150/200	150/200	300/700	150
Homogenization temperature	20	15	20	35	20	20	20
Number of passes	5/1	5	5/1	2/3	5/1	2/3	3

[0074] A clouding emulsion with the properties corresponding to Table 3 is obtained.

Table 3

Characteristic parameters	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Comparative emulsion I	Comparative emulsion II
Oil density g/mL	0.927	0.95	0.97	0.95	0.96	0.927	0.927
d97 value	0.71	0.82	0.86	0.75	0.72	0.41	1
Particle diameter ( $\mu\text{m}$ ) for 99.5% of the particles <	0.89	0.97	1.01	0.92	0.89	0.6	1.2
Average volume-referred particle diameter ( $\mu\text{m}$ )	0.35	0.355	0.385	0.36	0.35	0.23	0.42
Specific clouding kg/g m	203	214	221	199	201	131	243.8

[0075] Using the produced emulsions, the beverage according to the invention is blended, using a two-part base substance corresponding to Table 4.

*Beverage Production*

[0076]

Table 4

Component (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Comparative emulsion I
Blending variants	1	2	3	4	5	6
Base substance I emulsion	2.01	0.39	1.17	1.5	2.3	2.01
Water	86.215	87.86	87.08	86.645	85.875	86.225
Base substance I flavoring-juice concentrate	1.34	1.4	1.4	1.4	1.4	1.34
Sweetening	9.7	9.7	9.7	9.7	9.7	9.7
Acidification	0.57	0.6	0.6	0.58	0.6	0.57
Vitamins	0.06	0.05	-	0.1	0.05	0.05
Thickener	0.08	-	0.025	0.05	0.05	0.08
Preservative	0.025	-	0.025	0.025	0.025	0.025
Density difference $\Delta\rho$ [kg/L]	0.111	0.0881	0.0681	0.8881	0.0781	0.111
Viscosity of beverage [Ns/m <sup>2</sup> ]	0.0058	0.0012	0.0021	0.0035	0.0035	0.0058
Content G of oil phase in beverage [g/kg]	1.809	0.507	1.05	1.35	1.79	0.905
Y [ $\mu\text{m}$ ]	0.821	0.899	0.881	0.786	0.763	1.058
Opaque at 10 mm of layer thickness and 500 ppm of oil	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	No
4 weeks creaming-stable at room temperature	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes

[0077] As shown in Table 4, only the beverage according to the invention, at a dilution to 500 ppm of oil, is opaque at a layer thickness of 10 mm and has a creaming stability of 4 weeks. The clouding emulsion used according to the invention, according to Table 3, has a specific clouding greater than 205 kg/(g·m) versus 131 kg/(g·m) of the comparative emulsion I, with significantly smaller particles. Comparative emulsion II is not creaming-stable because of the particle size.

[0078] As shown in Tables 5 and 6, the beverage according to the invention can also be produced from a syrup.

*Beverage Production from Syrup*

[0079]

Table 5:

Syrup						
Component (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Comparative emulsion I
Base substance I Emulsion	6.43	1.25	3.74	4.80	7.36	6.43
Water	55.89	61.15	58.66	57.26	54.8	55.92
Base substance II flavoring-juice concentrate	4.29	4.48	4.48	4.48	4.48	4.29
Sweetening	31.04	31.04	31.04	31.04	31.04	31.04
Acidification	1.824	1.920	1.920	1.856	1.920	1.824
Vitamins	0.192	0.160	-	0.320	0.160	0.160
Thickener	0.256	-	0.080	0.106	0.160	0.256
Preservative	0.080		0.080	0.080	0.080	0.080

Table 6:

Beverage Production						
Component (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Comparative emulsion I
Syrup	31.3	31.3	31.3	31.3	31.3	31.3
Water	68.8	68.8	68.8	68.8	68.8	68.8

[0080] Table 7 contains application examples that lie outside of the claimed range, since the obtained beverages are not creaming-stable.

Table 7:

Non-creaming-stable Beverage Preparations					
Component (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion E	Comparative emulsion I	Comparative emulsion II
Blending variant	7	8	9	10	11
Base substance I Emulsion	2.01	1.5	2.3	2.01	0.39
Water	86.38	86.8	86	86.3	87.91
Base substance II flavoring-juice concentrate	1.34	1.4	1.4	1.34	1.4
Sweetening	9.7	9.7	9.7	9.7	9.7
Acidification	0.57	0.6	0.6	0.57	0.6
Thickener	-	-	-	0.08	-
Density difference $\Delta\rho$ [kg/L]	0.111	0.0881	0.0781	0.111	0.111
Viscosity of beverage [Ns/m <sup>2</sup> ]	0.0012	0.0012	0.0012	0.0058	0.0012
Content G of oil phase in beverage [g/kg]	1.809	1.95	2.275	1.809	0.351
Y [ $\mu$ m]	0.521	0.580	0.607	0.821	0.915
Opaque at 10 mm layer thickness [and] 500 ppm of oil	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
4 weeks creaming-stable at room temperature	No	No	No	No	No

[0081] The maximum d97 value required according to the formula, by means of quantity Y, is not reached during comparison by means of Table 3 of emulsions A, B, E and the comparative emulsion I. Unduly large d97 values are present. The emulsion is not stable in the beverage.

### Claims

1. An emulsion beverage with an aqueous phase and a disperse oil phase, in which the viscosity  $\eta$  of the beverage lies in the range from 0.001 to 0.015 Pa·s, the density difference  $\Delta\rho = \rho_{\text{aqueous}} - \rho_{\text{oil}}$  lies in the range from 0.12 to 0.25 kg/L, and the content G of the oil phase in the beverage lies in the range from 0.35 to 3 g/kg, preferably from 0.4 to



3 g/kg, and especially from 0.55 to 3 g/kg, of the emulsion beverage, and the d97 value lies in the range from  $0.75 \times Y$  to  $Y$ , in which

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1.457 + 1.524 \cdot 10^1 \cdot \eta - 8.385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1.880 \cdot 10^1 \cdot \Delta\rho - 5.025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4.520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8.66 \cdot 10^2 \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2.050 \cdot 10^2 \cdot \eta^2 + 3.330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8.300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8.254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4.426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4.070 \cdot 10^2 \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9.937 \cdot 10^2 \cdot \eta^3 + 2.730 \cdot 10^4 \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4.420 \cdot 10^2 \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6.058 \cdot 10^4 \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5.821 \cdot 10^5 \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$

2. The emulsion beverage according to Claim 1, **characterized by the fact** that the density difference  $\Delta\rho$  lies in the range from 0.09 to 0.12 kg/L.
3. The emulsion beverage according to Claims 1 to 2, **characterized by the fact** that the viscosity of the beverage lies in the range from 0.002 to 0.15 Pa·s, preferably between 0.004 and 0.15 Pa·s.
4. The emulsion beverage according to Claims 1 to 3, **characterized by the fact** that the emulsion beverage contains weighting agents and/or thickeners.
5. The emulsion beverage according to Claims 1 to 4, **characterized by the fact** that the emulsion beverage contains sweeteners, like sugar sweeteners and sugar alcohols.
6. The emulsion beverage according to Claims 1 to 5, **characterized by the fact** that the emulsion beverage contains preservatives.
7. The emulsion beverage according to Claims 1 to 6, **characterized by the fact** that the emulsion beverage contains functional ingredients, like vitamins, minerals, herbal extracts, fillers, prebiotic ingredients, caffeine or alcohol.
8. The emulsion beverage according to Claims 1 to 7, **characterized by the fact** that it has an emulsion with a specific clouding of at least 150 kg/g  $\times$  m.

9. A method for the production of an emulsion beverage, **characterized by the fact** that a disperse oil phase is introduced, so that the viscosity  $\eta$  of the beverage lies in the range from 0.001 to 0.015 Pa's, the density difference  $\Delta\rho = \rho_{\text{aqueous}} - \rho_{\text{oil}}$  lies in the range from 0.12 to 0.25 kg/L, and the content G of oil phase in the beverage lies in the range from 0.35 to 3 g/kg, preferably from 0.4 to 3 g/kg, and especially from 0.55 to 3 g/kg, of the emulsion beverage, and the d97 value lies in the range from  $0.75 \times Y$  to Y, in which

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1.457 + 1.524 \cdot 10^1 \cdot \eta - 8.385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1.880 \cdot 10^1 \cdot \Delta\rho - 5.025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4.520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8.66 \cdot 10^2 \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2.050 \cdot 10^2 \cdot \eta^2 + 3.330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8.300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8.254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4.426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4.070 \cdot 10^2 \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9.937 \cdot 10^2 \cdot \eta^3 + 2.730 \cdot 10^4 \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4.420 \cdot 10^2 \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6.058 \cdot 10^4 \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5.821 \cdot 10^5 \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$



European Patent  
Office

# EUROPEAN PARTIAL SEARCH REPORT

which, according to Rule 45 of the European Patent Convention is considered the valid European Search Report in terms of the subsequent proceedings.

Application Number

EP 00 10 5679

DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			CLASSIFICATION OF THE APPLICATION (Int.Cl.7)
Category	Citation of document with indication, where appropriate of relevant passages	Relevant to claim	
D, A	WO 97 03576 A (PROCTER & GAMBLE) 06 February 1997 (1997-02-06) * the document in its entirety *	1-9	A23L2/62 A23L2/38
A	WO 93 08704 A (PROCTER & GAMBLE) 13 May 1993 (1993-05-13) * the document in its entirety *	1-9	
A	US 4 705 691 A (KUPPER PHILIP L ET AL) 10 November 1987 (1987-11-10)		
A	WO 97 21360 A (PROCTER & GAMBLE) 19 June 1997 (1997-06-19)		
A	US 4 479 971 A (ENG JEAN L ET AL) 30 October 1984 (1984-10-30)		
A	US 4 835 002 A (WOLF PETER A ET AL) 30 May 1989 (1989-05-30)		
A	US 4 084 012 A (KRUMEL KARL L ET AL) 11 April 1978 (1978-04-11)		
			TECHNICAL FIELDS SEARCHED (Int.Cl.7)
			A23L
<b>INCOMPLETE SEARCH</b>			
<p>The Search Division is of the opinion that one claims does not or several claims do not comply with the regulations of the EPC to such an extent that a sensible determination of the state of the art relative to these claims is either not or only partly possible.</p> <p>Completely searched claims:</p> <p>Not searched claims:</p> <p>Reason for the restriction of the search:</p> <p>See addendum C</p>			
Place of search <b>THE HAGUE</b>		Date of completion of the search <b>29 August 2000</b>	Examiner <b>Boddaert, P</b>
CATEGORY OF CITED DOCUMENTS		<p>T: theory or principle underlying the invention</p> <p>E: earlier patent document, but published on, or after the filing date</p> <p>D: document cited in the application</p> <p>L: document cited for other reasons</p> <hr/> <p>&amp;: member of the same patent family, corresponding document</p>	
<p>X: particularly relevant if taken alone</p> <p>Y: particularly relevant if combined with another document of the same category</p> <p>A: technological background</p> <p>O: non-written disclosure</p> <p>P: intermediate document</p>			



European Patent  
Office

INCOMPLETE SEARCH  
ADDENDUM C

Application Number  
EP 00 10 5679

Incompletely searched claims:

1-9

Reason for restriction of the search:

The current Claims 1-9 refer to a product/process that is defined by the following parameters:  
d97 / Y

Use of these parameters, in the given context, must be viewed as a deficiency of clarity in the sense of Art. 84 EPC. It is impossible to compare the parameters chosen by the applicant with those disclosed by the prior art. The lack of clarity is such, that it makes a meaningful, complete search impossible. The search was therefore restricted to the parts with reference to the practical examples, as mentioned in the description on pages 12-18.

The current Claims 1-9 refer to a product/process, in each case characterized by a sought attribute or property. The claims therefore include all products, etc. that exhibit this attribute or property, whereas the patent application provides support only for a limited number of such products, etc. by the description according to Art. 83 EPC. In the present case, the claims lack the corresponding supports and the patent application lacks the necessary disclosure, to the extent that a meaningful search over the entire sought range of production appears impossible. Regardless of this, the claims also lack the clarity required in Art. 84 EPC, in that an attempt is made to define the product/process via the sought result. This lack of clarity is also such that it makes a meaningful search of the entire sought range of protection impossible. The search was therefore directed toward the parts of the claims that appear to be clearly supported or disclosed according to the above meaning, namely, the parts concerning the products/process, as stated in the practical examples.

**ANNEX TO THE EUROPEAN SEARCH REPORT  
ON EUROPEAN PATENT APPLICATION NO.**

EP 00 10 5679

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned European search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on  
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

29 August 2000

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9703576 A	06-02-1997	US 5616358 A AU 6113796 A BR 9609709 A CA 2226929 A CN 1193258 A EP 0839007 A JP 11509421 T	01-04-1997 18-02-1997 06-07-1999 06-02-1997 16-09-1998 06-05-1998 24-08-1999
WO 9308704 A	13-05-1993	AU 2884892 A BR 9206683 A CA 2117266 A,C CN 1074347 A,B CZ 9400943 A DE 69213954 D DE 69213954 T EP 0610341 A FI 941941 A HU 67072 A JP 7500251 T NO 941508 A SK 43694 A US 5385748 A	07-06-1993 24-10-1995 13-05-1993 21-07-1993 15-12-1994 24-10-1996 27-02-1997 17-08-1994 27-04-1994 30-01-1995 12-01-1995 28-06-1994 05-01-1995 31-01-1995
US 4705691 A	10-11-1987	KEINE	
WO 9721360 A	19-06-1997	AT 194264 T AU 1335697 A BR 9612348 A CA 2240260 A CN 1207651 A DE 69609194 D EP 0866666 A JP 11501222 T US 5919512 A US 5792502 A	15-07-2000 03-07-1997 13-07-1999 19-06-1997 10-02-1999 10-08-2000 30-09-1998 02-02-1999 06-07-1999 11-08-1998
US 4479971 A	30-10-1984	CA 1202518 A EP 0108594 A ES 526854 D ES 8600020 A	01-04-1986 16-05-1984 01-10-1985 01-01-1986
US 4835002 A	30-05-1989	IE 60088 B	01-06-1994
US 4084012 A	11-04-1978	KEINE	
KEINE = NONE			

For more details about this annex: see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82



(11) **EP 1 133 930 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**19.09.2001 Patentblatt 2001/38**

(51) Int Cl.7: **A23L 2/62, A23L 2/38**

(21) Anmeldenummer: **00105679.5**

(22) Anmeldetag: **17.03.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU**  
**MC NL PT SE**  
 Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

• **Tretzel, Joachim Dr.**  
**64342 Seeheim-Jugenheim (DE)**

(71) Anmelder: **Döhler Natural Beverage Ingredients**  
**Euro Citrus**  
**64295 Darmstadt (DE)**

(74) Vertreter:  
**Meyers, Hans-Wilhelm, Dr.Dipl.-Chem. et al**  
**Patentanwälte**  
**von Kreisler-Selting-Werner**  
**Postfach 10 22 41**  
**50462 Köln (DE)**

(72) Erfinder:  
 • **Füsser, Hans Dr.**  
**64319 Pfungstadt (DE)**

(54) **Emulsionsgetränk**

(57) Emulsionsgetränk mit einer wässrigen Phase und einer dispersen Ölpase, wobei die Viskosität  $\eta$  des Getränkes im Bereich von 0,001 bis 0,015 Pa·s liegt, die Dichtedifferenz  $\Delta\rho = \rho_{\text{wässrig}} - \rho_{\text{Öl}}$  im Bereich von 0,12 bis 0,025 kg/l liegt und der Gehalt  $G$  an Ölpase im Getränk im Bereich von 0,35 bis 3 g/kg, bevorzugt von 0,45 bis 3 g/kg und besonders bevorzugt bei 0,55 bis 3 g/kg des Emulsionsgetränk liegt und der  $d_{97}$ -Wert im Bereich von 0,75 x Y bis Y liegt, wobei

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1,457 + 1,524 \cdot 10^{-1} \cdot \eta - 8,385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1,880 \cdot 10^{-1} \cdot \Delta\rho - 5,025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4,520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8,66 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2,050 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^2 + 3,330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8,300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8,254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4,426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4,070 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9,937 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^3 + 2,730 \cdot 10^{-4} \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4,420 \cdot 10^{-2} \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6,058 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5,821 \cdot 10^{-5} \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$

**EP 1 133 930 A1**

**Beschreibung**

[0001] Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Emulsionsgetränk und ein Verfahren zur Herstellung von Emulsionsgetränken.

[0002] Getränke mit einem trüben Erscheinungsbild sind bekannt. So wird bei Erfrischungsgetränken die Trübung durch Dispergieren von Aromaöl oder einer zur Trübung geeigneten, nicht-wassermischbaren Flüssigkeit wie beispielsweise einem Speiseöl erreicht. Dieses System feinstverteilter Öltröpfchen in Wasser wird als Emulsion bezeichnet.

[0003] Typischerweise wird die Trübung durch Verwendung einer Emulsion oder eines Emulsion enthaltenen Getränkekonzentrates (Grundstoffes) bei der Herstellung des Getränkes eingebracht. Dient die Emulsion vornehmlich zum Zwecke der Trübung, wird von einer Trübungsemulsion gesprochen.

[0004] Liegt die Emulsion als monodisperses Partikelkollektiv in geeigneter Verdünnung vor, so kann die Trübung als Lichtschwächung durch Streuung analog zum Lambert-Beer-Gesetz angegeben werden:

$$\ln(T) = \ln(I/I_0) = -\tau \cdot L$$

[0005] Dabei ist  $\tau$  die Trübung der Emulsion,  $L$  die optisch durchstrahlte Länge der Probe, in [m],  $I_0$  die Intensität des eingestrahlten Lichtes in [W/m<sup>2</sup>],  $I$  die Intensität des Lichtes in [W/m<sup>2</sup>] nach Durchstrahlung der Schichtdicke  $L$  und  $T$  die Transmission der Probe. Die Trübung stellt das Verhältnis aus Streuleistung der Probe pro Volumeneinheit und Intensität des Primärstrahls dar. Die Trübung wird in verdünnter Lösung bestimmt. Hierbei gilt für die Trübung:

$$\tau = \sigma_s \cdot \rho$$

$\rho$  ist die Teilchenzahldichte in [l/m<sup>3</sup>] und  $\sigma_s$  ist der Streulichtquerschnitt in [m<sup>2</sup>], definiert als das Verhältnis der gesamten Streulichtleistung eines Teilchens zur Intensität des Primärstrahles.

[0006] Die Streulichtleistung eines Teilchens ist dabei vor allem abhängig von dem Partikeldurchmesser, dem Brechungsindex der dispersen und kontinuierlichen Phase und der Wellenlänge des eingestrahlten Lichtes.

[0007] Die spezifische Trübung  $\tau_c$  ist als Quotient aus Trübung  $\tau$  und Konzentration  $C$  der dispersen Phase in [kg pro m<sup>3</sup> Dispersion] definiert:

$$\tau_c = \tau/C = \frac{\sigma_s \cdot \rho}{C} = \frac{\sigma_s}{\frac{\pi}{6} d^3 \cdot \rho_d}$$

$d$  ist der Tropfendurchmesser in [m] und  $\rho_d$  die Dichte der dispersen Phase in [kg/m<sup>3</sup>]

[0008] Üblicherweise nimmt für Partikel, die kleiner als 0,5 bis 1 µm (abhängig von der Messmethode: Photometer, Nephelometer, Laserdiffraktion) sind, bei Verringerung der Teilchendurchmesser bei konstanter Volumenkonzentration der dispersen Phase die Trübung oder die spezifische Trübung ab. Somit muss bei Herstellung von Trübungsemulsionen mit kleiner werdenden Öltröpfchengröße für Emulsionen unter 0,5 bis 1 µm Tröpfchengröße eine immer höhere Volumenkonzentration der dispersen Phase eingestellt werden, um in dem Endgetränk den gleichen Trübungseindruck bzw. das gleiche optische Erscheinungsbild, verglichen mit einem trüben Saftgetränk, zu erreichen.

[0009] Liegen hauptsächlich Teilchengrößen von 0,15 bis 0,3 µm vor, so weist ein Getränk mit einer Trübungsstärke, die der eines trüben Saftes entspricht, ein abweichendes optisches Erscheinungsbild verglichen mit dem eines trüben Saftes auf, bei dem hauptsächlich Teilchen mit einer Partikelgröße größer 0,3 µm vorliegen.

[0010] Eine Emulsion ist im thermodynamischen Sinne ein instabiles System, das das Bestreben hat, in den energieärmsten Zustand eines 2-Phasen-Systems zurückzukehren.

[0011] Physikalische Vorgänge, die diese Zerstörung der Emulsion beschreiben, sind Aufrahmung, Sedimentation, Flocculation und Koaleszens von Öltröpfchen. Die genannten Vorgänge können dabei zeitlich überlagert ablaufen, wobei üblicherweise die Flocculation und Koaleszens der Aufrahmung zeitlich vorausgeht.

[0012] Von ausreichender physikalischer Stabilität der Emulsion wird gesprochen, wenn innerhalb der geforderten Haltbarkeit des Lebensmittels keine Entmischung des dispersen Systems beobachtbar ist. Liegt ein System mit ungenügender physikalischer Stabilität vor, so wird bei einer - verglichen mit der wässrigen Phase - geringeren Öldichte eine Aufrahmung und Ölringbildung am Flaschenhals beobachtet. Liegt eine höhere Öldichte vor, so wird bei ungenügender physikalischer Stabilität eine Sedimentation am Boden der Flasche beobachtet.

[0013] Faktoren, die die physikalische Stabilität der Emulsion im Endgetränk bestimmen, sind die Dichtedifferenz zwischen kontinuierlicher und disperser Phase, der Phasengehalt der dispersen Phase im Endgetränk und die Parti-

kelgröße der dispersen Phase. Je größer die Dichtedifferenz und die Partikelgröße der dispersen Phase, desto schneller erfolgt eine Aufrahmung bzw. Phasentrennung.

[0014] Üblicherweise werden mit den weltweit gesetzlich zugelassenen Beschwerungsmitteln, wie SAIB E444, Ester- gum E445, Dammar GUM und BVO's (brominated vegetable oils) in den zugelassenen Konzentrationen Dichteerhö- hungen erreicht, die stabile Getränketrübungen auf Emulsionsbasis ermöglichen, die mit denen in Limonaden und Fruchtsaftgetränken vergleichbar sind. Dichten der dispersen Phase, die für eine ausreichende Stabilisierung benötigt werden, liegen üblicherweise zwischen 0,96 bis 1,04.

[0015] Soll eine höhere Trübung, d.h. eine mit trüben Fruchtsäften vergleichbare Trübung im Getränk durch Zusatz einer Trübungsemulsion erreicht werden, so kann üblicherweise keine ausreichende physikalische Stabilität mehr erzielt werden, da die gesetzlich festgelegten Höchstmengen keine ausreichende Dichtenivellierung ermöglichen.

[0016] Eine ausreichende Stabilisierung dieser Getränke bei Verzicht auf Beschwerungsmittel wird in der Offenle- gung WO-A-97/03576 beschrieben und kann erst dann erreicht werden, wenn Partikelgrößen in der dispersen Phase vorliegen, die einen mittleren volumenbezogenen Partikeldurchmesser von 0,1 bis 0,3 µm besitzen.

[0017] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, ein Verfahren bereit zu stellen, mit dem bei möglichst geringem Einsatz an nicht-wassermischbaren Flüssigkeiten eine möglichst starke Trübung in einem Emulsionsgetränk erreicht werden kann.

[0018] Gelöst wird die Aufgabe durch ein Emulsionsgetränk mit den Merkmalen des Anspruchs 1.

[0019] Das erfindungsgemäße Emulsionsgetränk weist eine wässrige und eine disperse Ölphase auf, wobei die Viskosität  $\eta$  des Getränkes im Bereich von 0,001 bis 0,015 Pa·s liegt, die Dichtedifferenz  $\Delta\rho = \rho_{\text{wässrig}} - \rho_{\text{öl}}$  im Bereich von 0,12 bis 0,025 kg/l liegt und der Gehalt G an Ölphase im Getränk im Bereich von 0,35 bis 3 g/kg bevorzugt von 0,4 bis 3 g/kg und besonders bevorzugt bei 0,55 bis 3 g/kg des Emulsionsgetränk liegt, und der d97-Wert im Bereich von 0,75 x Y bis Y liegt, wobei

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1,457 + 1,524 \cdot 10^{-1} \cdot \eta - 8,385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1,880 \cdot 10^{-1} \cdot \Delta\rho - 5,025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G - 4,520 \cdot 10^{-1} \cdot \Delta\rho \cdot G \\ & + 8,66 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2,050 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^2 + 3,330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 + 8,300 \cdot 10^{-1} \cdot \Delta\rho^2 \\ & + 8,254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4,426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4,070 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho^3 - 9,937 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^3 \\ & + 2,730 \cdot 10^{-4} \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4,420 \cdot 10^{-2} \cdot G \cdot \Delta\rho^3 + 6,058 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5,821 \cdot 10^{-5} \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$

[0020] Der d97-Wert bezeichnet den Tropfendurchmesser in µm, bei dem 97% des Volumens der im Getränk ent- haltenen dispersen Phase der Emulsion einen kleineren Tropfendurchmesser besitzen. Ölphase ist dabei jede lebens- mitte-rechtlich zugelassene, nicht-wasserlösliche Flüssigkeit bezeichnet.

[0021] Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass es möglich ist, stabile Emulsionsgetränke herzustellen, die eine optimierte maximale spezifische Trübung besitzen und somit im Gegensatz zu WO-A-97/03576 bei gleicher Do- sage an disperser Phase im Getränk einen wesentlich höhere Trübung aufweisen, und trotzdem hinreichend stabil sind. Somit wird zur Einstellung des gewünschten Trübungseindrucks eine erheblich geringere Ölmenge benötigt oder der gewünschte Trübungseindruck durch das Vorhandensein von mittleren Tröpfendurchmessern über 0,3 µm erst ermöglicht wird.

[0022] Die Aufrahmstabilität der Emulsion wird erreicht, indem in Abhängigkeit von dem Gehalt an disperser Ölphase im Getränk, der Viskosität des Getränkes und der Dichtedifferenz eine bestimmte Partikelgröße und Partikelverteilung in der Emulsion verwendet werden.

[0023] Das Emulsionsgetränk besitzt dabei bevorzugt Emulsion mit eine spezifische Trübung von mehr als 180 kg/ g·m. Die Emulsion beinhaltet ein Öl sowie möglicherweise Stabilisatoren, Emulgatoren und/oder Beschwerungsmittel. Die Dichte der Ölphase liegt bevorzugt zwischen 0,915 bis 0,975 g/ml, bevorzugt zwischen 0,93 bis 0,975 g/ml. Dich- tedifferenz  $\Delta\rho$  liegt bevorzugt zwischen 0,25 und 0,12 kg/l.

[0024] Das Emulsionsgetränk enthält gegebenenfalls zusätzlich einen oder mehrere der folgenden üblichen Zusätze, wie Fruchtbestandteile, im Lebensmittelbereich zugelassene Genusssäuren und anorganische Säuren, Antioxidantien, Süßungsmittel, Aromen, Farbstoffe, Verdickungsmittel sogenannte "funktionelle" Zutaten und Konservierungsstoffe.

[0025] Als Fruchtbestandteile werden hier vor allem Fruchtaromen, Fruchtsäfte, Fruchtpürees und Fruchtsaftkon- zentrate verstanden.

[0026] Fruchtsäfte bzw. Fruchtsaftkonzentrate, die verwendet werden können, sind solche auf Basis von Zitrusfrüch- ten, wie Orange, Zitrone, Grapefruit und Mandarine und anderen Früchten, wie Apfel, Birne, Aprikose und Ananas.

[0027] Weiterhin können Fruchtsäfte und Fruchtsaftkonzentrate aus Beerenobst, wie Brombeere, Stachelbeere, Jo- hannisbeere, Heidelbeere, Erdbeere und Himbeere verwendet werden.

[0028] Weiterhin können Fruchtsäfte und Fruchtsaftkonzentrate aus exotischen Früchten, wie beispielsweise Guave,



Papaya, Maracuja, Mango und Banane verwendet werden.

**[0029]** Erfindungsgemäß werden zwischen 0,001% bis 80% der bezeichneten Fruchtbestandteile im Getränk eingesetzt. Bevorzugt werden Fruchtsaftkonzentrate eingesetzt.

**[0030]** Weiterhin kann das Getränk Süßungsmittel enthalten. Üblicherweise werden Zucker, Süßstoffe, Zuckeraustauschstoffe und Süßungsmittelzusammensetzungen, sowie Mischungen daraus eingesetzt. Verwendbare Süßstoffe sind Acesulfam-K, Aspartam, Cyclamat, Neohesperidindihydrochalcon und Saccharin. Pflanzliche Süßstoffe können ebenfalls verwendet werden, wie beispielsweise Glycyrrhizin und Thaumatin.

**[0031]** Geeignete Zuckeraustauschstoffe sind Fructose und Zuckeralkohole wie Isomaltitol (E953), Lactitol (E966), Maltitol, Manitol (E421), Sorbitol (E420), Xylitol (E967) sowie Gemische daraus. Weiterhin können als Süßungsmittel Mischungen aus synthetischem Süßstoff und entaromatisierten oder nicht entaromatisierten konzentrierten Fruchtzubereitungen verwendet werden.

**[0032]** Die Süßungsmittel werden dem erfindungsgemäßen Getränk in einer solchen Menge zugegeben, dass die erhaltene Süßkraft einem Zusatz bis zu 160 g/l Saccharose entspricht. Bevorzugt werden 80 bis 110 g/l Saccharose.

**[0033]** Weiterhin kann das erfindungsgemäße Getränk Verdickungsmittel enthalten. Geeignete Verdickungsmittel sind Carboxymethylcellulose, Xanthan, Johannisbrotkernmehl, Gellan, Guarkemehl, Carragen, Alginsäure, Alginat, Pektin sowie Mischungen daraus. Werden Verdickungsmittel angewendet, so liegt der Gehalt an bezeichneten Verdickungsmitteln im Getränk dabei zwischen 0,0025 bis 0,3%.

**[0034]** Das erfindungsgemäße Getränk kann weiterhin sogenannte "funktionelle" Zutaten enthalten, wie beispielsweise Vitamine, Mineralstoffe, Kräuterextrakte, Ballaststoffe, prebiotische Zutaten, Coffein und Alkohol.

**[0035]** Es kann mit Lebensmittelfarbstoffen und/oder färbenden Lebensmittel eingefärbt werden. Erfindungsgemäß kann das Getränk im Lebensmittelbereich zugelassene Konservierungsmittel enthalten. Geeignete Konservierungsmittel sind beispielsweise, Sorbinsäure, Benzoesäure und deren Alkalisalze.

**[0036]** Das Konservierungsmittel wird üblicherweise in einer Konzentration von 0,01% bis 0,2% im Getränk angewendet.

**[0037]** Das erfindungsgemäße Getränk kann geeignete natürliche und synthetische Antioxidantien besitzen. Geeignete natürliche Antioxidantien sind beispielsweise Tocopherole, L-Ascorbinsäure, ihre Fettsäureester, wie L-Ascorbylpalmitat, Gallussäureester und Flavonoide. Geeignete synthetische Antioxidantien sind beispielsweise tert.-Butylhydroxyanisol und tert.-Butylhydrochinon.

**[0038]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch die Herstellung von Emulsionsgetränken aus einer vorbereiteten Trübungsemulsion. Das dabei hergestellte Getränkeprodukt beinhaltet dabei die Trübungsemulsion und gegebenenfalls Verdickungsmittel, Stabilisatoren, Aromen; Frucht und/oder Fruchtsaftkonzentrate. Das hergestellte Getränk kann carbonisiert oder nicht carbonisiert vorliegen. Es kann durch Kühlung oder thermische Behandlung haltbar gemacht werden.

**[0039]** Die Trübungsemulsion wird insbesondere zur Trübung oder zur Trübung und Aromatisierung des Getränkeproduktes eingesetzt. Die Emulsion ist eine Öl-in-Wasser-Emulsion und besitzt bevorzugt eine Dichte in der dispersen Phase von 0,915 bis 0,975 g/ml, noch mehr bevorzugt zwischen 0,93 bis 0,975. Die Dichte der dispersen Phase wird durch eine entsprechende Wahl der Komponenten der Ölphase eingestellt. Wichtig ist, dass die Dichtedifferenz zwischen der dispersen Phase und der wässrigen Phase im herzustellenden Emulsionsgetränk im Bereich von 0,12 bis 0,025 kg/l liegt.

**[0040]** Als nicht-wasserlösliche Flüssigkeit werden beispielsweise Öle und Fette pflanzlichen oder tierischen Ursprungs wie pflanzliche Speiseöle und Speisefette, Terpene und Aromaöle eingesetzt.

**[0041]** In einigen Anwendungsfällen, wenn die Dichtedifferenz zwischen wässriger und Ölphase zu groß ist, wird ein Beschwerungsmittel zusätzlich verwendet. Als Beschwerungsmittel werden beispielsweise SAIB E444, Estergum E445, Dammar GUM und BVO's (brominated vegetable oils) oder Kombinationen eingesetzt.

**[0042]** Die Summe aller nicht wasserlöslichen Bestandteile wird als disperse Phase bezeichnet. Sie liegt zwischen 2 bis 20 Gewichtsprozenten, vorzugsweise zwischen 6 bis 12 Gewichtsprozenten in der Trübungsemulsion vor.

**[0043]** Als die Emulsion stabilisierende Substanz können allgemein für Lebensmittel zugelassene Hydrokolloide, wie Gummi arabicum, Xanthan, Johannisbrotkernmehl, Pektin, und anionische Polymere aus Stärke oder Cellulose, wie Stärkenatriumoctenylsuccinat oder Carboxymethylcellulose eingesetzt werden.

**[0044]** Das emulgierende Hydrokolloid wird beispielsweise in einem Gewichtsverhältnis von 0,2:1 bis 4:1 auf die disperse Phase eingesetzt. Bevorzugt liegt ein Gewichtsverhältnis von 0,3:1 bis 1:1 vor.

**[0045]** Der mittlere volumenbezogene Partikeldurchmesser und die Partikelverteilung der Emulsion sind für die spezifische Trübung der Emulsion und für die Aufrahmstabilität des Getränkes entscheidend.

**[0046]** Liegen mittlere volumenbezogene Partikeldurchmesser über 0,4 µm vor, so lassen sich in der Regel keine aufrahmstabilen Getränke aus der Emulsion produzieren. Werden Emulsionen mit mittleren volumenbezogenen Partikeldurchmesser kleiner 0,33 µm verwendet, so kommt es aufgrund der geringeren spezifischen Trübung erst bei wesentlich höheren Mengen an disperser Phase, verglichen mit der beanspruchten Emulsion, zu einer sichtdichten Trübung.

[0047] Getränkeemulsionen mit der hier genannten Partikelverteilung lassen sich mit jeder bekannten, geeigneten Methode, wie der Hochdruckhomogenisation, Mikrofluidisation oder Emulgierung über Membranen herstellen.

[0048] Wird ein Hochdruckhomogenisator verwendet, so wird ein zweistufiger Homogenisator bevorzugt, bei dem ein definiertes Druckniveau im Auslauf der Homogenisationsdüse eingestellt werden kann. Der verwendete Hauptdruck, das heißt der Druck am Einlauf in die Homogenisationsdüse, liegt bei der Herstellung der hier beanspruchten Trübungsemulsion zwischen 100 bis 500 bar, vorzugsweise zwischen 140 bis 260 bar.

[0049] Das Druckniveau im Auslauf wird auf 1/3 bis 1/15 des Hauptdruckes eingestellt, vorzugsweise auf 1/5 bis 1/10.

[0050] Die Temperatur bei der Homogenisation liegt unter 90°C, vorzugsweise unter 40°C.

[0051] Zur Herstellung des erfindungsgemäßen Getränkes können die konventionell verwendeten Technologien zur Herstellung des fertigen Getränkes verwendet werden. Die Methoden, die zur Herstellung von Getränken dienen, werden beispielsweise in Woodroof und Phillips, Beverages: Carbonated & Noncarbonated, AVI Publishing Co. (1981) und in Südzucker AG, Mannheim/Ochsenfurt, Handbuch: Erfrischungsgetränke (1998) beschrieben.

[0052] Üblicherweise wird bei der Herstellung von Getränken ein Grundstoff verwendet. Er enthält normalerweise alle für das Getränk wichtigen Bestandteile außer Wasser, Zucker und gegebenenfalls CO<sub>2</sub>. Der Grundstoff stellt somit ein Konzentrat des Getränkes dar, der alle wesentlichen, das Getränk charakterisierenden Inhaltsstoffe enthält.

[0053] Dabei kann das Getränk aus zwei oder mehreren Grundstoffkomponenten ausgemischt werden. Diese werden als zwei oder mehrteilige Grundstoffe bezeichnet.

[0054] Eine andere Getränkeherstellungweise ist die Herstellung eines Sirupansatzes und dessen Ausmischung zum fertigen Getränk. Im Unterschied zum Grundstoff müssen hierbei nur noch Wasser und CO<sub>2</sub> zugesetzt werden.

[0055] Wird erfindungsgemäß das Getränk aus einem ein- oder mehrteiligen Grundstoff oder aus einem Sirupansatz hergestellt, so können diese Konzentrate gegebenenfalls pasteurisiert, auf entsprechende Gebinde gefüllt und gelagert werden.

[0056] Das hergestellte Getränkeprodukt ist für mindestens vier Wochen aufbrauchstabil. Aufbrauchstabil bedeutet hierbei, dass im Flaschenhals ein Ring mit einer maximalen Ringdicke von 0,5 mm entsteht. Die Lagerung erfolgt bei einer konstanten Temperatur von 20 ± 1,5°C.

## Beispiele

### Methode zur Bestimmung der Partikelverteilung der Trübungsemulsion

[0057] Der mittlere Partikeldurchmesser und die Partikelverteilung wird mit dem Mastersizer 2000 der Firma Malvern Instruments Ltd. bestimmt.

[0058] Zur Bestimmung wird die Probe der Trübungsemulsion in der Messanordnung auf eine Abschattung von 10 bis 20% eingestellt, für mindestens 10s mit Ultraschall behandelt und gemessen. Als Messzelle wird die Zelle Hydro 2000 MU verwendet. Die Pumpenintensität beträgt 2200 bis 2500. Die Aussteuerung des Ultraschalls beträgt 7 bis 10. Zur Berechnung wird das allgemeine Modell verwendet, wobei als optische Konstanten der Refraktionsindex der dispersen Phase mit 1,449 (Emulsionstropfen) und der Refraktionsindex der kontinuierlichen Phase mit 1,330 (Wasser) festgelegt werden.

[0059] Die Absorption der Probe wird mit 0,01 festgelegt.

### Methode zur Bestimmung der spezifischen Trübung der Trübungsemulsion

[0060] Eine Probe der Emulsion wird je nach Anteil an disperser Phase auf 1:200 bis 1:400 verdünnt.

[0061] Die Extinktion der verdünnten Emulsion wird in einer 1 cm Plastikkuvette im Spectrophotometer der Bauart Perkin-Elmer Lambda2 UV/VIS bei einer Wellenlänge von 633 nm bestimmt.

[0062] Die Trübung  $\tau$  wird aus der Extinktion E hier wie folgt berechnet:

$$E = \tau \cdot L$$

[0063] L ist die optisch durchstrahlte Länge der Probe.

$$\text{Trübung [m}^{-1}\text{]} = \text{Extinktion} \cdot 100$$

[0064] Nach Berechnung der Trübung erfolgt die Berechnung der spezifischen Trübung wie folgt:

## EP 1 133 930 A1

$$\tau_c = \tau/C$$

[0065] Die spezifische Trübung  $\tau_c$  ist als Quotient aus Trübung  $\tau$  und Konzentration  $C$  der dispersen Phase definiert. Die Konzentration  $C$  wird in kg disperse Phase pro  $m^3$  Dispersion angegeben.

### Ermittlung der Viskosität $\eta$ über die Fließ- und Viskositätskurve

[0066]

Gerät: Firma Bohlin Instruments, CVO 120 HR

Messsystem CP 2° / 60 mm

Temperatur 20°C

Schubspannungssweep in mind. 15 Stufen: von 0,001 Pa bis 0,1 Pa Verzögerungszeit: mindestens 300 s

Max. Integrationszeit: mindestens 120 s

Ramp.-Richtung: Auf

Bereich: LOG

[0067] Zur Abschätzung der Stabilität der Getränke wird die Viskosität herangezogen, bei der erstmals eine "stationärbedingung"  $0,95 < d\ln(J(t))/d\ln(t) < 1,05$  bei möglichst kleiner Scherrate vorliegt.  $J(t)$  [ $m^2/N$ ] ist die Schubnachgiebigkeit oder Komplianz zum Messzeitpunkt  $t$  [s]. Die ermittelte Viskosität wird in Gleichung 2 zur Berechnung der Prognose verwendet.

[0068] Beispielhafte Zusammensetzungen der trübungsoptimierten Emulsion, die in das erfindungsgemäße Getränk eingebracht wird, sind in Tabelle 1 dargestellt. Sie werden mit "Emulsion A" bis "Emulsion E" bezeichnet.

[0069] Die mit "Vergleichsemulsion I" resp. "II" bezeichneten Varianten sind Emulsionsherstellungen, die den Stand der Technik angeben.

[0070] Dabei repräsentiert die "Vergleichsemulsion I" eine Emulsion, die entsprechend wie in WO 97/03576 beschrieben hergestellt wurde.

### **Emulsionsherstellung**

[0071]

Tabelle 1

Komponente (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Vergleichsemulsion I	Vergleichsemulsion II
Wasser	85,19	81,03	84,20	84,93	85,43	89,79	85,19
Öl	9	13	6,5	8,37	6,5	4,5	9
Gummi arabicum	5,3	5,3	6,2	5,5	6,2	5,2	5,3
Beschwerungsmittel	-	-	2,5/SAIB	0,63/ Glycerines ter aus Wurzelharz	1,3/SAIB -	-	-
Farbstoffe	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Vitamine	0,1	0,2	0,13	0,1	0,1	0,1	0,1
Säuerungsmittel	0,24	0,3	0,3	0,3	0,3	0,24	0,24
Konservierungsmittel	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12

## EP 1 133 930 A1

**[0072]** Die Herstellung der Emulsionen erfolgt, indem Vitamine, Farbstoffe und Konservierungsmittel in dem Wasser gelöst oder dispergiert werden. Lediglich dispergiert werden zu wasserdispergierbaren Vorprodukten formulierte öllösliche Farbstoffe und Vitamine.

5 **[0073]** Nach Zugabe des Säuerungsmittels wird das Öl durch einen Rührer, beispielsweise Rotor-Stator-System, mit entsprechend hoher Umfangsgeschwindigkeit voremulgiert. Danach erfolgt eine Hochdruckhomogenisation mit den Prozessbedingungen wie in Tabelle 2 angegeben.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tabelle 2

Verfahrensparameter	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Vergleichsemulsion I	Vergleichsemulsion II
Homogenisationsdruck	150/250	200	150/200	150/200	150/200	300/700	150
Homogenisationstemperatur	20	15	20	35	20	20	20
Anzahl der Passagen	5/1	5	5/1	2/3	5/1	2/3	3

# EP 1 133 930 A1

[0074] Man erhält eine Trübungsemulsion mit den Eigenschaften entsprechend Tabelle 3.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tabelle 3

Charakteristische Parameter	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Vergleichsemulsion I	Vergleichsemulsion II
Öldichte g/ml	0,927	0,95	0,97	0,95	0,96	0,927	0,927
d97-Wert	0,71	0,82	0,86	0,75	0,72	0,41	1
Partikeldurchmesser $\mu\text{m}$ für 99,5% der Partikel <	0,89	0,97	1,01	0,92	0,89	0,6	1,2
Mittlerer volumenbezogener Partikeldurchmesser $\mu\text{m}$	0,35	0,355	0,365	0,36	0,35	0,23	0,42
Spezifische Trübung kg/g·m	203	214	221	199	201	131	243,8



# EP 1 133 930 A1

[0075] Unter Verwendung der hergestellten Emulsionen wird das erfindungsgemäße Getränk unter Verwendung eines zweiteiligen Grundstoffes entsprechend Tabelle 4 ausgemischt.

## Getränkeherstellung

[0076]

Tabelle 4

Komponente (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Vergleichsemulsion I
Ausmischungsvariante	1	2	3	4	5	6
Grundstoff I Emulsion	2,01	0,39	1,17	1,5	2,3	2,01
Wasser	86,215	87,86	87,08	86,645	85,875	86,225
Grundstoff II Aroma-Saft-Konzentrat	1,34	1,4	1,4	1,4	1,4	1,34
Süßung	9,7	9,7	9,7	9,7	9,7	9,7
Säuerung	0,57	0,6	0,6	0,58	0,6	0,57
Vitamine	0,06	0,05	-	0,1	0,05	0,05
Verdickungsmittel	0,08	-	0,025	0,05	0,05	0,08
Konservierungsmittel	0,025	-	0,025	0,025	0,025	0,025
Dichtedifferenz $\Delta\rho$ [kg/l]	0,111	0,0881	0,0681	0,0881	0,0781	0,111
Viskosität des Getränkes [Ns/m <sup>2</sup> ]	0,0058	0,0012	0,0021	0,0035	0,0035	0,0058
Gehalt G an Ölphase im Getränk [g/kg]	1,809	0,507	1,05	1,35	1,79	0,905
Y [ $\mu$ m]	0,821	0,899	0,881	0,786	0,763	1,058
Sichtdicht bei 10 mm Schichtdicke 500 ppm Öl	Ja	Ja	Ja	Ja	Ja	Nein
4 Wochen aufrahmstabil bei Raumtemperatur	Ja	Ja	Ja	Ja	Ja	Ja

[0077] Wie in Tabelle 4 dargestellt, ist nur das erfindungsgemäße Getränk bei einer Verdünnung auf 500 ppm Öl bei einer Schichtdicke von 10 mm visuell sichtdicht und besitzt eine Aufrahmstabilität von 4 Wochen. Die erfindungsgemäß verwendete Trübungsemulsion besitzt laut Tabelle 3 eine spezifische Trübung von größer 201 kg/(g·m) gegenüber 131 kg/(g·m) der Vergleichsemulsion I mit erheblich kleineren Teilchen. Vergleichsemulsion II ist aufgrund der Partikelgröße nicht aufrahmstabil.

[0078] Wie Tabelle 5 und 6 zeigt, kann das erfindungsgemäße Getränk auch aus einem Sirup hergestellt werden.

# EP 1 133 930 A1

## Getränkeherstellung über Sirup

[0079]

Tabelle 5:

Sirup						
Komponente (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Vergleichsemlusion I
Grundstoff I Emulsion	6,43	1,25	3,74	4,80	7,36	6,43
Wasser	55,89	61,15	58,66	57,26	54,8	55,92
Grundstoff II Aroma-Saft-Konzentrat	4,29	4,48	4,48	4,48	4,48	4,29
Süßung	31,04	31,04	31,04	31,04	31,04	31,04
Säuerung	1,824	1,920	1,920	1,856	1,920	1,824
Vitamine	0,192	0,160	-	0,320	0,160	0,160
Verdickungsmittel	0,256	-	0,080	0,160	0,160	0,256
Konservierungsmittel	0,080	-	0,080	0,080	0,080	0,080

Tabelle 6:

Getränkeherstellung						
Komponente (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion C	Emulsion D	Emulsion E	Vergleichsemlusion I
Sirup	31,3	31,3	31,3	31,3	31,3	31,3
Wasser	68,8	68,8	68,8	68,8	68,8	68,8

[0080] Tabelle 7 enthält Anwendungsbeispiele, die außerhalb des beanspruchten Bereiches liegen, da die erhaltenen Getränke nicht aufrahmstabil sind.

Tabelle 7:

nicht aufrahmstabile Getränkeherstellungen					
Komponente (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion E	Vergleichsemlusion II	Vergleichsemlusion II
Ausmischvariante	7	8	9	10	11
Grundstoff I Emulsion	2,01	1,5	2,3	2,01	0,39
Wasser	86,38	86,8	86	86,3	87,91
Grundstoff II Aroma-Saft-Konzentrat	1,34	1,4	1,4	1,34	1,4
Süßung	9,7	9,7	9,7	9,7	9,7
Säuerung	0,57	0,6	0,6	0,57	0,6
Verdickungsmittel	-	-	-	0,08	-
Dichtedifferenz $\Delta\rho$ [kg/l]	0,111	0,0881	0,0781	0,111	0,111
Viskosität des Getränkes [Ns/m <sup>2</sup> ]	0,0012	0,0012	0,0012	0,0058	0,0012
Gehalt G an Ölphase im Getränk [g/kg]	1,809	1,95	2,275	1,809	0,351
Y [µm]	0,521	0,580	0,607	0,821	0,915

# EP 1 133 930 A1

Tabelle 7: (fortgesetzt)

nicht aufrahmstabile Getränkeherstellungen					
Komponente (%)	Emulsion A	Emulsion B	Emulsion E	Vergleichsemulsion II	Vergleichsemulsion II
Sichtdicht bei 10 mm Schichtdicke 500 ppm Öl	Ja	Ja	Ja	Ja	Ja
4 Wochen aufrahmstabil bei Raumtemperatur	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein

[0081] Die nach der Formel mittels der Größe Y geforderte maximale d97-Wert wird bei Vergleich mittels Tabelle 3 von den Emulsionen A, B, E und der Vergleichsemulsion II nicht erreicht. Es liegen zu große d97-Werte vor. Die Emulsion ist im Getränk nicht stabil.

## Patentansprüche

- Emulsionsgetränk mit einer wässrigen Phase und einer dispersen Ölpase, wobei die Viskosität  $\eta$  des Getränkes im Bereich von 0,001 bis 0,015 Pa·s liegt, die Dichtedifferenz  $\Delta\rho = \rho_{\text{wässrig}} - \rho_{\text{öl}}$  im Bereich von 0,12 bis 0,025 kg/l liegt und der Gehalt G an Ölpase im Getränk im Bereich von 0,35 bis 3 g/kg, bevorzugt von 0,45 bis 3 g/kg und besonders bevorzugt bei 0,55 bis 3 g/kg des Emulsionsgetränk liegt, und der d97-Wert im Bereich von 0,75 x Y bis Y liegt, wobei

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1,457 + 1,524 \cdot 10^{-1} \cdot \eta - 8,385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1,880 \cdot 10^{-1} \cdot \Delta\rho - 5,024 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4,520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8,66 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2,050 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^2 + 3,330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8,300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8,254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4,426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4,070 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9,937 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^3 + 2,730 \cdot 10^{-4} \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4,420 \cdot 10^{-2} \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6,058 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5,821 \cdot 10^{-5} \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$

- Emulsionsgetränk nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Dichtedifferenz  $\Delta\rho$  im Bereich von 0,09 bis 0,12 kg/l liegt.
- Emulsionsgetränk nach einem der Ansprüche 1 bis 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Viskosität des Getränkes im Bereich von 0,002 bis 0,15 Pa·s, bevorzugt zwischen 0,004 bis 0,015 Pa·s liegt.
- Emulsionsgetränk nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Emulsionsgetränk Beschwerungsmittel und/oder Verdickungsmittel enthält.
- Emulsionsgetränk nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Emulsionsgetränk Süßungsmittel wie Zucker, Süßstoffe und Zuckeralkohole enthält.
- Emulsionsgetränk nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Emulsionsgetränk Konservierungsmittel enthält.
- Emulsionsgetränk nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Emulsionsgetränk funktionelle Zutaten wie Vitamine, Mineralstoffe, Kräuterextrakte, Ballaststoffe, prebiotische Zutaten, Koffein oder Alkohol enthält.
- Emulsionsgetränk nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** es eine Emulsion mit einer spezifischen Trübung von mindestens 150 kg/g x m aufweist.

# EP 1 133 930 A1

9. Verfahren zur Herstellung eines Emulsionsgetränkes, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine disperse Ölphase eingebracht wird, so dass die Viskosität  $\eta$  des Getränkes im Bereich von 0,001 bis 0,015 Pa·s liegt, die Dichtedifferenz  $\Delta\rho = \rho_{\text{wässrig}} - \rho_{\text{öl}}$  im Bereich von 0,12 bis 0,025 kg/l liegt und der Gehalt G an Ölphase im Getränk im Bereich von 0,35 bis 3 g/kg, bevorzugt von 0,4 bis 3 g/kg und besonders bevorzugt bei 0,55 bis 3 g/kg des Emulsionsgetränk liegt, und der d97-Wert im Bereich von 0,75 x Y bis Y liegt, wobei

$$\begin{aligned} \ln(Y) = & 1,457 + 1,524 \cdot 10^{-1} \cdot \eta - 8,385 \cdot 10^{-1} \cdot G - 1,880 \cdot 10^{-1} \cdot \Delta\rho - 5,025 \cdot 10^{-1} \cdot \eta \cdot G \\ & - 4,520 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho \cdot G + 8,66 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho \cdot \eta + 2,050 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^2 + 3,330 \cdot 10^{-1} \cdot G^2 \\ & + 8,300 \cdot 10^0 \cdot \Delta\rho^2 + 8,254 \cdot 10^{-1} \cdot G \cdot \Delta\rho^2 - 4,426 \cdot 10^{-2} \cdot G^3 + 4,070 \cdot 10^{-2} \cdot \Delta\rho^3 \\ & - 9,937 \cdot 10^{-2} \cdot \eta^3 + 2,730 \cdot 10^{-4} \cdot \eta \cdot \Delta\rho^3 - 4,420 \cdot 10^{-2} \cdot G \cdot \Delta\rho^3 \\ & + 6,058 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta\rho \cdot \eta^3 - 5,821 \cdot 10^{-5} \cdot \eta^2 \cdot \Delta\rho^2 \end{aligned}$$



Europäisches Patentamt

# EUROPÄISCHER TEILRECHERCHENBERICHT

der nach Regel 45 des Europäischen Patent-  
übereinkommens für das weitere Verfahren als  
europäischer Recherchenbericht gilt

Nummer der Anmeldung

EP 00 10 5679

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
D, A	WO 97 03576 A (PROCTER & GAMBLE) 6. Februar 1997 (1997-02-06) * das ganze Dokument *	1-9	A23L2/62 A23L2/38
A	WO 93 08704 A (PROCTER & GAMBLE) 13. Mai 1993 (1993-05-13) * das ganze Dokument *	1-9	
A	US 4 705 691 A (KUPPER PHILIP L ET AL) 10. November 1987 (1987-11-10)		
A	WO 97 21360 A (PROCTER & GAMBLE) 19. Juni 1997 (1997-06-19)		
A	US 4 479 971 A (ENG JEAN L ET AL) 30. Oktober 1984 (1984-10-30)		
A	US 4 835 002 A (WOLF PETER A ET AL) 30. Mai 1989 (1989-05-30)		
A	US 4 084 012 A (KRUMEL KARL L ET AL) 11. April 1978 (1978-04-11)		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			A23L
UNVOLLSTÄNDIGE RECHERCHE			
<p>Die Recherchenabteilung ist der Auffassung, daß ein oder mehrere Ansprüche, den Vorschriften des EPU in einem solchen Umfang nicht entspricht bzw. entsprechen, daß sinnvolle Ermittlungen über den Stand der Technik für diese Ansprüche nicht, bzw. nur teilweise, möglich sind.</p> <p>Vollständig recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Unvollständig recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Nicht recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Grund für die Beschränkung der Recherche:</p> <p>Siehe Ergänzungsblatt C</p>			
Recherchenort		Abchlußdatum der Recherche	
DEN HAAG		29. August 2000	
		Prüfer	
		Boddaert, P	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN			
<p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschützliche Offenbarung P : Zwischenliteratur</p> <p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument &amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			

EPO FORM 1500 03/82 (P4/C26)



Europäisches  
Patentamt

**UNVOLLSTÄNDIGE RECHERCHE  
ERGÄNZUNGSBLATT C**

Nummer der Anmeldung

EP 00 10 5679

Unvollständig recherchierte Ansprüche:

1-9

Grund für die Beschränkung der Recherche:

Die geltenden Patentansprüche 1-9 sind auf ein Produkt/Verfahren, das mittels folgender Parameter definiert wird, zu beziehen:  
d97 / Y

Die Verwendung dieser Parameter muss im gegebenen Zusammenhang als Mangel an Klarheit im Sinne von Art. 84 EPÜ erscheinen. Es ist unmöglich, die vom Anmelder gewählten Parameter mit dem zu vergleichen, was der Stand der Technik hierzu offenbart. Der Mangel an Klarheit ist dergestalt, daß er eine sinnvolle vollständige Recherche unmöglich macht. Daher wurde die Recherche beschränkt auf die Teile mit Bezug auf Ausführungsbeispiele, wie sie in der Beschreibung auf Seiten 12-18 erwähnt sind.

Die geltenden Patentansprüche 1-9 beziehen sich auf ein Produkt/Verfahren, jeweils charakterisiert durch eine erstrebenswerte Eigenheit oder Eigenschaft. Die Patentansprüche umfassen daher alle Produkte etc., die diese Eigenheit oder Eigenschaft aufweisen, wohingegen die Patentanmeldung Stütze durch die Beschreibung im Sinne von Art. 83 EPÜ nur für eine begrenzte Zahl solcher Produkte etc. liefert. Im vorliegenden Fall fehlen den Patentansprüchen die entsprechende Stütze bzw. der Patentanmeldung die nötige Offenbarung in einem solchen Maße, daß eine sinnvolle Recherche über den gesamten erstrebten Schutzbereich unmöglich erscheint. Desungeachtet fehlt den Patentansprüchen auch die in Art. 84 EPÜ geforderte Klarheit, nachdem in ihnen versucht wird, das Produkt/Verfahren über das jeweils erstrebte Ergebnis zu definieren. Auch dieser Mangel an Klarheit ist dergestalt, dass er eine sinnvolle Recherche über den gesamten erstrebten Schutzbereich unmöglich macht. Daher wurde die Recherche auf die Teile der Patentansprüche gerichtet, welche im o.a. Sinne als klar, gestützt oder offenbart erscheinen, nämlich die Teile betreffend die Produkte / das Verfahren wie in den Ausführungsbeispielen angegeben.

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 10 5679

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

29-08-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9703576 A	06-02-1997	US 5616358 A	01-04-1997
		AU 6113796 A	18-02-1997
		BR 9609709 A	06-07-1999
		CA 2226929 A	06-02-1997
		CN 1193258 A	16-09-1998
		EP 0839007 A	06-05-1998
		JP 11509421 T	24-08-1999
WO 9308704 A	13-05-1993	AU 2884892 A	07-06-1993
		BR 9206683 A	24-10-1995
		CA 2117266 A,C	13-05-1993
		CN 1074347 A,B	21-07-1993
		CZ 9400943 A	15-12-1994
		DE 69213954 D	24-10-1996
		DE 69213954 T	27-02-1997
		EP 0610341 A	17-08-1994
		FI 941941 A	27-04-1994
		HU 67072 A	30-01-1995
		JP 7500251 T	12-01-1995
		NO 941508 A	28-06-1994
		SK 43694 A	05-01-1995
		US 5385748 A	31-01-1995
US 4705691 A	10-11-1987	KEINE	
WO 9721360 A	19-06-1997	AT 194264 T	15-07-2000
		AU 1335697 A	03-07-1997
		BR 9612348 A	13-07-1999
		CA 2240260 A	19-06-1997
		CN 1207651 A	10-02-1999
		DE 69609194 D	10-08-2000
		EP 0866666 A	30-09-1998
		JP 11501222 T	02-02-1999
		US 5919512 A	06-07-1999
		US 5792502 A	11-08-1998
US 4479971 A	30-10-1984	CA 1202518 A	01-04-1986
		EP 0108594 A	16-05-1984
		ES 526854 D	01-10-1985
		ES 8600020 A	01-01-1986
US 4835002 A	30-05-1989	IE 60088 B	01-06-1994
US 4084012 A	11-04-1978	KEINE	

EPO FORM P0451

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**